

Eine neue mikrochemische Methode zum Nachweis des Wolframs.

Von J. A. M. van LIEMPT.¹⁾

Mit 2 Figuren im Text.

Um Spuren von Wolfram nachweisen zu können, stehen uns zwei brauchbare Methoden zur Verfügung; erstens die kolorimetrische Methode von DEFACZ²⁾, zweitens die mikrochemische Methode von BEHRENS, bei welcher das Wolfram als Ti_2WO_4 vorliegt.³⁾

Eine andere sehr einfache Methode möge hierunten erwähnt werden.

Nehmen wir an, daß ein Kristallsplitter oder ein Stück von einem Faden des Wolframmetalls vorliegt.

Man schmilzt dann etwas NaNO_2 in einem kleinen Platinlöffel und wirft das Stückchen Wolfram hinein; dieses wird sofort angegriffen und in Na_2WO_4 verwandelt.

Die gebildete Schmelze wird in wenig Wasser aufgelöst, auf 100° erhitzt und das H_2WO_4 mit Salzsäure (1:1) gefällt. Man filtriert, wäscht mit 5%iger HNO_3 , und dann noch zweimal mit destilliertem Wasser aus.

Der feuchte Niederschlag wird ohne Erwärmen in wenig starkem NH_3 (S. G. 0,90) aufgelöst und sofort an die Ecke eines Objektträgers gebracht. Ohne Erwärmung kristallisiert dann nach wenigen Minuten Ammoniumparawolframat aus, welches am Rande des Tröpfchens fast viereckige Plättchen bildet (Fig. 1), in der Mitte aber lange Nadeln (Fig. 2), die sich bisweilen im Querschnitt zu breiteren Parallelogrammen ausdehnen.

¹⁾ Nach dem deutschen Manuskript auf sprachliche Richtigkeit durchgesehen von E. BREHMER, Frankfurt a. M.

²⁾ *Compt. rend.* 123 (1896), 308.

³⁾ BEHRENS-KLEY, Mikrochemische Analyse 1920, 149.

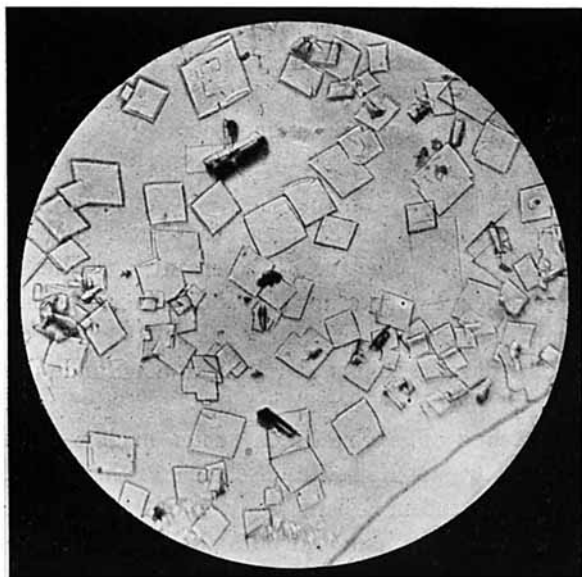


Fig. 1. 150 ×

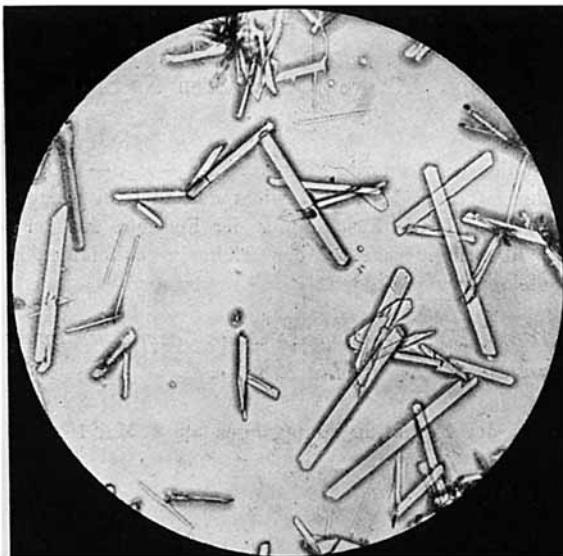


Fig. 2. 150 ×

Im allgemeinen bekommt man makrochemisch beim Eindampfen von Lösungen von Wolframsäure und Ammoniak je nach den Umständen zwei Kristallarten, nämlich die oben genannten Platten und Nadeln.

Die Platten haben eine Zusammensetzung:

5,5% NH_3 , 5,4% H_2O , 89,1% WO_3 ,
 die Nadeln: 5,4% „ 7,8% „ 86,8% „ .

Die ersten entstehen bei höherer Temperatur und zwar werden sie um so kleiner, je höher die Temperatur ist; die letzten entstehen bei niedriger Temperatur oder bei höherer Temperatur bei Gegenwart von überschüssigem Ammoniak.

Dies erklärt das Erscheinen der Platten am Rande des Tropfens, wo ja die Dampftension am größten ist.

Daß die Lösung ohne Erwärmen schon nach wenigen Minuten Ammoniumparawolframat Kristalle abscheidet, rührt daher, daß WO_3 (oder H_2WO_4) bei großem Überschuß von NH_3 sehr leicht löslich in Wasser ist, die Ammoniumparawolframat Kristalle selbst dagegen nur wenig.¹⁾

Die oben beschriebene Reaktion ist sehr charakteristisch, sie so wird nicht durch die Anwesenheit von Molybdän gestört; das entsprechende Ammoniumparamolybdat ist in Wasser auch viel leichter löslich.

Man kann auf diese Weise 0,1 Milligramm Wolfram noch leicht nachweisen.

Anwesenheit von größeren Quantitäten Na_2SiO_3 wirken störend auf die Reaktion.

¹⁾ Eine Studie des ternären Systems $\text{NH}_3\text{—H}_2\text{O—WO}_3$ wäre sehr zu empfehlen; leider ist aber das Mol-Gewicht des WO_3 in bezug auf H_2O und NH_3 sehr groß, wodurch die Feststellung der Formeln aus der Analyse sehr erschwert wird; überdies verursacht das leicht im kolloidalen Zustand übergehende WO_3 viele Schwierigkeiten.

Eindhoven (Holland), *Physikalisches Chemisches Laboratorium der Philips - Glühlampen A.-G.* 1. Mai 1922.

Bei der Redaktion eingegangen am 6. Mai 1922.